

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-198045

(43) 公開日 平成11年(1999) 7月27日

(51) Int.Cl. ⁹	識別記号	F I
B 2 4 D 3/00	3 2 0	B 2 4 D 3/00 3 2 0 A
B 2 4 B 1/00		B 2 4 B 1/00 A
7/20		7/20
29/00		29/00 Z
37/04		37/04 A

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平10-7380

(22) 出願日 平成10年(1998) 1月19日

(71) 出願人 000003300

東ソー株式会社

山口県新南陽市開成町4560番地

(72) 発明者 倉持 豪人

神奈川県横浜市青葉区たちばな台2-7-3

(72) 発明者 窪田 吉孝

神奈川県相模原市東林間2-6-5

(54) 【発明の名称】 研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法

(57) 【要約】

【課題】 シリコンウェハー等の半導体基板、酸化物基板などの基板材料や精密加工を要する光学材料などを研磨する加工プロセスにおいて、遊離砥粒を含まないか少量の遊離砥粒を含む研磨液を使用することで廃液の問題を軽減し、従来の方法と同程度の研磨仕上げで、被研磨材料を効率良く研磨でき、かつ研磨処理における研磨用成形体の耐久性もあるために研磨作業を効率化できる研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法を提供する。

【解決の手段】 主としてセリア（酸化セリウム）からなり、かさ密度が0.7 g/cm³以上5.0 g/cm³以下であり、BET比表面積が2 m²/g以上200 m²/g以下であり、かつ平均粒子径が0.001 μm以上0.5 μm以下であることを特徴とする研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法を用いる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】主としてセリア（酸化セリウム）からなり、かさ密度が 0.7 g/cm^3 以上 5.0 g/cm^3 以下であり、BET比表面積が $2\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $200\text{ m}^2/\text{g}$ 以下であり、かつ平均粒子径が $0.001\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする研磨用成形体。

【請求項2】請求項1に記載の研磨用成形体と付帯部品から構成されることを特徴とする研磨用定盤。

【請求項3】被研磨材料を請求項2に記載の研磨用定盤に押しつけて摺擦運動させることを特徴とする研磨方法。 10

【請求項4】遊離砥粒を用いずに研磨して研磨廃液の 600 nm における透過率が水の透過率の 10% 以上であることを特徴とする請求項3に記載の研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコンウエハ、酸化物基板等の基板材料や光学材料などを研磨する方法で使用される研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法に関するものである。さらに詳しくは、 20 セリア微粉末を成形したセリア成形体を焼成等の加工を施して得られる研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法に関する。

【0002】

【従来の技術】光学、エレクトロニクスなどの産業の進展に伴い、磁気ディスク、半導体基板、単結晶材料等の加工に対する要求は非常に厳しくなっている。特に電子関係部品の仕上げ加工では材料表面に遊離砥粒を含有した研磨液を連続的に流しながら不織布タイプやスウェードタイプ等のポリッシングパッドで磨くことが行わ 30 れている。使用される遊離砥粒としては、アルミナ、シリカ、セリア、ジルコニアなどが知られているが、中でもセリアは、光学ガラスと相性が良く、加工品質と加工の経済性の双方に着目するとこれに優るものがないため、特にガラスポリッシング用として主力になってきた。

【0003】しかしながら、このような方法による場合、遊離砥粒を含んだ研磨液を使用するために研磨処理後に大量の遊離砥粒を含有する研磨廃液が生じ、その処理等については研磨処理の効率、廃液処理の設備面、環境への影響を考慮すると改善されるべきものであった。又、研磨処理において、研磨布は目詰り等の性能劣化を生じるために新たなものへと頻繁に取り替える必要が生じ、研磨処理作業の効率化の面での課題もあった。

【0004】さらに、従来の研磨布を用いた研磨方法により研磨された材料（以下、「被研磨材料」という）では、研磨布の表面が柔らかいために被研磨材料の端部の角が研磨中に研磨され過ぎ、被研磨材料の全面を一様に研磨できないという非効率な仕上がりとなってしまう欠点があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】このように従来の方法により研磨加工を行なった場合、研磨中に生じる研磨廃液の処理の問題、被研磨材料の有効利用、研磨作業の効率といった問題が生じており、本発明はこのような問題点に鑑みてなされたものである。その目的はシリコンウエハ等の半導体基板、酸化物基板などの基板材料や精密加工を要する光学材料などを研磨する加工プロセスにおいて、遊離砥粒を含まないか少量の遊離砥粒を含む研磨液を使用することで廃液の問題を軽減し、従来の方法と同程度の研磨仕上げで、被研磨材料を効率良く研磨でき、かつ研磨処理における研磨用成形体の耐久性もあるために研磨作業を効率化できる研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、セリア微粉末を用いて成形したセリア成形体を加工して研磨用成形体として用いることで以下の知見を見出した。

【0007】1）研磨の際に、研磨用成形体の表面がその原料であるセリア微粉末により粗面となっており、これと被研磨材料とが直接接触するために、コロイダルシリカあるいはセリア等の遊離砥粒を含まない研磨液を使用して基板材料等の研磨加工プロセスへの適用が可能となり、しかもその際に成形体の粒子の脱落が非常に少なくなることで廃液の問題が軽減される。

【0008】2）研磨用成形体の強度が高いために研磨加工プロセスにおいても耐久性があり、そのため長期に渡って取り替えなしで研磨作業を実施できる。

【0009】3）研磨された被研磨材料の仕上がりが従来の方法と同程度であり、研磨速度の面でも同等であって、研磨性能の経時的な劣化が少ない。

【0010】4）たとえ遊離砥粒を含有する研磨剤を用いた場合でも、従来の方法よりも希薄な遊離砥粒濃度で研磨速度が向上する。

【0011】このように、本発明の研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法を用いることでこれらの優れた点を見出し、本発明を完成するに至った。

【0012】以下、本発明を詳細に説明する。

【0013】＜研磨用成形体の特性＞本発明の研磨用成形体は、主としてセリア（ CeO_2 ）、すなわち酸化セリウムからなり、かさ密度が 0.7 g/cm^3 以上 5.0 g/cm^3 以下であり、BET比表面積が $2\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $200\text{ m}^2/\text{g}$ 以下であり、かつ平均粒子径が $0.001\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下である。

【0014】主としてセリアとは、セリア成分が研磨用成形体全量の $90\text{ 重量}\%$ 以上、さらに $97\text{ 重量}\%$ 以上有するものが好ましく用いられる。

【0015】ここで、研磨用成形体のかさ密度の範囲としては、研磨中における研磨用成形体の形状を保持し、 50

効率的に被研磨材料の平滑な面を得るために 0.7 g/cm^3 以上 5.0 g/cm^3 以下の範囲が好ましく、さらに 1.3 g/cm^3 以上 3.0 g/cm^3 以下の範囲が好ましい。かさ密度が 0.7 g/cm^3 を下回るとその形状を保てないほど形状保持性が悪くなるために研磨中に成形体自身が磨耗しやすくなり好ましくない。また、 5.0 g/cm^3 を上回ると、逆に成形体自身の強度が高くなり過ぎ、被研磨材料が研磨中に損傷したり、研磨により研磨用成形体の表面が滑らかになり過ぎて研磨速度が低下するため好ましくない。

【0016】研磨用成形体のBET比表面積の範囲としては、研磨中における研磨用成形体の形状を保持し、被研磨材料の平滑な面を得るために $2\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $200\text{ m}^2/\text{g}$ 以下の範囲が好ましく、さらに $2\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以下、特に $2\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $55\text{ m}^2/\text{g}$ の範囲が好ましい。BET比表面積が $200\text{ m}^2/\text{g}$ を越えると研磨用成形体の形状を保てないほど形状保持性が悪くなるために研磨中に成形体自身が磨耗しやすくなり好ましくない。また、 $2\text{ m}^2/\text{g}$ を下回ると、逆に成形体自身の強度が高くなり過ぎ、被研磨材料が研磨中に損傷したり、研磨により研磨用成形体の表面が滑らかになり過ぎて研磨速度が低下するため好ましくない。

【0017】研磨用成形体の平均粒子径の範囲としては、多孔体への成形を容易にし、被研磨材料の平滑な面を得るために $0.001\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下、さらに $0.01\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.3\text{ }\mu\text{m}$ 以下、特に $0.03\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 以下の範囲が好ましい。平均粒子径が $0.001\text{ }\mu\text{m}$ よりも小さくなると原料粉末の1次粒子径が $0.001\text{ }\mu\text{m}$ よりも小さくなり、多孔体に成形することが非常に難しくなるために実用に供しえなくなり、 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ よりも大きくなると被研磨材料に欠陥を生じる等の問題が生じることがあり好ましくない。ここでいう平均粒子径とは、研磨用成形体表面のセリア微粒子の粒子径を意味しており、例えば実施例に記載の通り、走査型電子顕微鏡(SEM)などにより測定できる。

【0018】＜研磨用成形体の製造法＞本発明の研磨用成形体は、セリア微粉末を用いて成形されたセリア成形体を焼成等の加工処理により成形体としたものであり、上記記載の特性を有するものであれば特に限定されるものではない。

【0019】セリア成形体は、例えば原料粉末に圧力をかけて成形することにより作製できる。圧力をかけて成形する場合、例えばプレス成形等の成形法が例示でき、その圧力条件としては、得られる成形体の形状を保持するために通常 5 kg/cm^2 以上の圧力が好ましく用いられ、さらに 10 kg/cm^2 以上の圧力が好ましく用いられる。

【0020】さらに、原料粉末の成形性を向上させるために原料粉末に処理を施しても良い。その処理の方法と

しては、例えばプレス成形などで予備成形した後、ふるい等を用いて分級する方法などが挙げられる。予備成形の際の圧力としては、粉末の性状等に左右され一定しないが、通常 5 kg/cm^2 以上 1000 kg/cm^2 以下で十分である。また、同様に原料粉末の成形性を向上させるため、スプレードライ法や転動法などにより造粒したり、バインダー、ワックス等を添加してもよい。

【0021】また、同様に原料粉末の成形性を向上させるため、スプレードライ法や転動法などにより造粒したり、バインダー等を添加してもよく、さらに造粒した後にこの造粒粉末を崩さないように造孔剤と混合してもよい。これらの添加剤により成形性が向上し、さらに造孔剤を用いることで造孔剤の粒径が反映したセリア成形体を得ることができて研磨用成形体中の細孔構造を制御しやすくなるため、研磨加工時において研磨速度を向上しうる研磨用成形体を得られる。なお、造粒粉末を造孔剤と混合する前に一時的に別に移すなどして保存しておいてもよい。

【0022】バインダーを用いる場合、その種類としては、造粒操作に支障がないものであれば特に制限なく用いることができるが、通常、結合剤、可塑剤、潤滑剤などを用いることができ、例えばアクリル樹脂、ポリオレフィン樹脂、ワックス類、ステアリン酸などの低級脂肪酸、ステアリルアルコールなどの高級アルコール類を挙げることができ、これらは単独あるいは2種以上用いることができる。

【0023】また、造孔剤を用いる場合、その種類としては、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス等のワックス類、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート等のアクリル系樹脂の粉末、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン・酢酸ビニル共重合体、エチレン・エチルアクリレート共重合体等のオレフィン系樹脂の粉末、ポリスチレンの粉末、ステアリン酸等の低級脂肪酸の粉末、馬鈴薯でんぷん、とうもろこしでんぷん、エチルセルロース、カーボン粉末等が例示でき、これらは単独あるいは2種以上用いることができる。

【0024】原料粉末よりセリア成形体への成形性を向上させるために成形前に原料粉末へバインダーや造孔剤などの有機物を添加する場合には、研磨用成形体への加工に際し、脱脂することが好ましい。脱脂の方法は特に限定されるものではないが、例えば大気雰囲気下での加熱による脱脂、又は窒素、アルゴン、ヘリウムなどの不活性雰囲気中での加熱脱脂などが挙げられる。この時の雰囲気ガスの圧力は加圧下又は常圧下、場合によっては減圧下であってもよい。また同様に、成形性を向上させるために、水分を添加し、その後の焼成操作の前に乾燥させることもできる。

【0025】次に、バインダーを取り除いた成形体は、一般的には強度が脆くなっているため、その強度を上

げ、研磨用定盤としての耐久性を向上させるために、加熱による焼成を行なうことが好ましい。しかし、耐久性を向上させる方法としては、加熱焼成に限定されるものではない。

【0026】このようにセリア成形体より研磨用成形体への加工方法としては、加熱脱脂、加熱焼成、機械加工等による方法が例示できるが、研磨用成形体として研磨作業に使用できる強度を付与できる加工方法であれば特に限定されるものではない。

【0027】＜研磨用定盤の構成＞次に、この研磨用成形体を研磨用の定盤として組み込み、さらにこれを用いて研磨する方法について説明する。

【0028】まず、研磨用成形体と研磨用の付帯部品とを用いて研磨用定盤が形成される。

【0029】ここで、付帯部品とは研磨用定盤を構成する種々の材質、形状の構造体であり、この付帯部品に対して研磨用成形体を以下に示される手法により配置し、固定することで研磨用定盤が形成される。両者の固定の方法としては、弾性接着剤等の接着剤を用いて接着して固定する方法、付帯部品に凹凸を形成させ、その固定場所へ埋め込む方法など、本発明の目的を達成できる方法であれば制限なく用いることができる。

【0030】研磨用成形体を研磨用の付帯部品へ固定する際の研磨用成形体の個数については、1個又は2個以上用いればよく、さらに2個以上用いることが好ましい。この理由としては、1) 研磨加工プロセスにおいて用いられる研磨液を研磨中に適切に排出することで研磨速度を向上させるためである。このため、研磨用成形体を2個以上用いて研磨用定盤を形成させた場合には、研磨用成形体の間の隙間より研磨液の排出ができる。また、1個を用いた場合には、成形体の研磨面の側に研磨液を排出できる適当な溝の構造を持たせることが好ましい。2) また、研磨用成形体を2個以上用いて研磨用定盤を形成させた場合には、被研磨材料への当たりが良くなり、被研磨材料全面の研磨速度に偏りなく、効率よく研磨できるようになる。

【0031】用いられる研磨用成形体の形状は特に限定されるものではなく、研磨用成形体が研磨用の付帯部品へ装着できるものであればどのような形状のものも採用できる。例えば円柱状ベレットや、四角柱状ベレット、三角柱状ベレットなどの角柱状ベレット等を例示でき、さらには、被研磨材料との接触面が直線と曲線を組み合わせてできるあらゆる形状のものも例示できる。又、その大きさは通常用いられる範囲であれば特に限定されるものではなく、研磨用定盤中の研磨用成形体を組み込むための付帯部品の大きさに応じて決められる。

【0032】本発明において用いられる研磨用成形体を研磨用定盤として配置する際の配置方法の態様としては、上記記載の研磨用成形体の特性を有するものを組み合わせるのであれば特に限定されるものではなく、例え

ば、研磨用成形体の小片を組み合わせて一体化する方法、大きな円板に埋め込む方法などが挙げられる。

【0033】このような研磨用成形体を2個以上研磨用定盤へ配列させる場合には配置された研磨用成形体の研磨面を被研磨材料の形状に合うように整えることが望ましい。この場合、付帯部品についてその形状に合ったものを選択しても良い。例えば、被研磨材料表面が平坦な場合にはその研磨用成形体の被研磨材料との接触面を平坦化することが望ましく、曲面状の場合にはそれに合った曲面状とすることが望ましい。これは、得られた研磨用定盤を用いて研磨加工する際に、被研磨材料と研磨用成形体が直接接触できるようになっているため、その接触面を多く取ることができるようにするためである。特に平坦化する場合は、研磨用定盤からの垂直方向の高さに対してばらつきがないように配置することが好ましい。

【0034】研磨用成形体と金属製定盤との固定方法については、接着剤により固定したり、金属製定盤に研磨用成形体の大きさに対応した凹凸面を施し、研磨用成形体を固定しても良い。接着剤を用いて研磨用成形体と金属製定盤とを固定する場合に用いられる接着剤は本発明の目的を達成できるものであれば特に制限なく用いることができ、特に、弾性接着剤のような、研磨用成形体を定盤へ接着固定する際に生じることがあるひび、割れ等がない接着剤を用いることが好ましい。

【0035】＜研磨用定盤を用いた研磨方法＞このようにして研磨用定盤に研磨用成形体を組み込むわけであるが、本発明の研磨用定盤を用いて研磨する方法においては、定盤として研磨加工プロセスにおいて使用されるものであれば、その形状、研磨条件、研磨液等の使用等については特に限定されるものではない。例えば、研磨液を使用する場合には、従来より用いられてきた研磨液を用いることでよく、例えば水などを用いることができる。

【0036】ここで研磨用定盤とは、組み込まれた研磨用成形体が被研磨材料に対して直接接触して研磨するために用いられ、研磨加工プロセスにおいて十分な強度を有し、かつ被研磨材料を研磨できる性能を有しておれば良い。従って、その形状としては、被研磨材料と同じ形状を有するだけでなく、必要に応じて非平面の形状を有していても良い。例えば、平板状、円盤状、リング状、円筒状等を挙げることができる。

【0037】また、本発明の研磨方法においては研磨布を用いないため、研磨中に従来の方法において見られた、研磨布の性能劣化によるその交換等による研磨作業の中断については、本発明の研磨用成形体を用いることで耐久性が向上し、取り替え頻度を減少できるため研磨作業の効率化が達成できるという利点を有している。さらに、従来の研磨剤による方法において生じる遊離砥粒を含んだ研磨廃液については、本発明の研磨用成形体

を用いることで遊離砥粒を用いなくなるか少量用いるだけで十分であるため、研磨廃液中の遊離砥粒や研磨により生じた粒の量が少なくなり、廃液処理の問題が軽減される。例えば、研磨廃液に対して光を照射した場合の透過率が従来の方法におけるものよりも高くなることで、研磨廃液中に不要となった粒の混入量が少なくなることが確認できる。このような研磨廃液の問題を考慮すると、研磨廃液の600nmにおける透過率が水の10%以上、さらに40%以上にすることが特に好ましく、このような廃液の透過率となるような研磨液を用いることが望ましい。

【0038】本発明の研磨用定盤は、シリコンウエハー、ガリウムリン、ガリウム砒素等の半導体基板、ニオブ酸リチウム、タンタル酸リチウム、ホウ酸リチウム等の酸化物基板、ガラス基板などの基板材料、石英ガラス、金属材料、建築分野等へ使用される石材等の研磨加工に有用である。この内、従来の研磨布を用いた方法に比べ面だれがないために研磨された材料を有効にできることもあり、基板材料に好ましく用いられ、さらに半導体基板、酸化物基板、ガラス基板に好ましく用いられる。

【0039】

【実施例】以下、本発明を実施例を用いてさらに詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、各評価は以下に示した方法によって実施した。

【0040】～セリア含量～

ICP発光分光法により測定した。

【0041】～かさ密度～

100mm×100mm×15mm(厚さ)の平板状試料を作製し成形体のサンプルとした。このサンプルを電子天秤で測定した重量と、マイクロメーターで測定した形状寸法とから算出した。

【0042】～平均粒子径～

研磨用成形体の一部の面を平坦に調整し、その面を走査型電子顕微鏡ISIDS-130(明石製作所製)で観察し、セリア粒子部分のみを考慮してインタセプト法により求めた。

【0043】～BET比表面積～

原料粉末についてはそのまま用い、研磨用成形体についてはそれを砕いた後測定に用いた。測定は、200℃で15分乾燥後、MONOSORB(米国QUANTACHROME社製)を用い、BET式1点法により測定した。

【0044】～粉末の平均粒子径～

セリア粉末をサンプルとし、COULTER LS130(COULTERELECTRONICS社製)を用いて液体モジュールで測定した。測定値は体積基準である。

【0045】～研磨試験～

直径25mm、厚さ5mmの成形体の円柱状試験片を作製し、高速レンズ研磨装置の回転定盤(直径360mm)に96個装着し、成形体の表面を平坦に整えた。これを定盤回転数100rpm、定盤への被研磨材料の加工圧力150g/cm²のもとで、被研磨材料として直径3インチの石英ガラス基板を6枚同時に用い、研磨液として蒸留水(液温:25℃)を用いて、研磨液を1リットル/分の速度で滴下しながら研磨した。研磨後、石英ガラス基板の表面を顕微鏡(OLYMPUS製、型式:BH-2)で観察した。評価に際しては、極めて平滑でスクラッチ等のない良好な面である場合を○、平滑にもならず研磨加工できない場合を×とした。

【0046】～成形体の耐久性～

研磨試験を継続的にを行い、1時間毎に成形体を取り出してその表面状態を目視にて観察し、ひび、割れ、欠け等の破損の有無を観察した。評価に際しては成形体の破損が生じるまでの時間を調べた。

【0047】＜研磨用成形体の製造・評価＞

実施例1

セリア原料粉末を以下のように調製した。遊星ミルを用いて炭酸セリウム水和物(ALDRICH製、99.9%)を蒸留水中に分散させて懸濁液を得、この懸濁液を攪拌しながら過酸化水素水(約35%)を滴下し、滴下終了後1時間攪拌を継続した。その後水浴で90℃まで昇温し、さらに1時間攪拌を継続した後、室温まで冷却し、遠心分離機で固液分離して固体分を120℃で24時間乾燥した。得られた固体分を焼成炉を用いて600℃で1時間加熱処理して白色粉末を得た。得られた白色粉末はX線回折装置(マックスサイエンス社製、型式:MXP-3)による測定でセリア単一相であることを確認した。またこのセリア粉末のBET比表面積は49m²/g、平均粒子径は0.3μmであった。

【0048】このセリア原料粉末に、添加物としてアクリル系バインダー(中央理化学工業製、リカボンDSA-200)及びステアリン酸エマルジョン(中京油脂製、セロゾール920)を原料粉末:アクリル系バインダー(固形分換算):ステアリン酸エマルジョン(固形分換算):水分=100:40:2:520の重量比で混合してスラリー化した。このスラリーをスプレードライヤー(大川原化工機製、型式:LT-8)を用いて造粒粉末を調製し、油圧プレス機を用いてプレス成形(圧力:100kg/cm²)してセリア成形体を得、これを焼成炉(光洋リンドバーク社製、型式:51668)にて400℃で2時間保持して脱脂し、そのまま1000℃まで昇温して2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを前記記載の評価方法により評価した。表1には得られた結果として、研磨用成形体のかさ密度、BET比表面積、平均粒子径、得られた研磨用成形体による研磨試験結果及び耐久性試験結果を示す。

50 【0049】

【表1】

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2
かさ密度(g/cm ³)	1.46	3.83	6.84	—
BET比表面積(m ² /g)	32	8	0.3	—
平均粒子径(μm)	0.026	0.104	3.05	—
研磨試験結果	○	○	×	○
耐久試験結果(時間)	>90	>90	>90	—

【0050】実施例2

セリア原料粉末（三津和化学薬品、純度99.9%、BET比表面積3.6m²/g、平均粒径2μm）に、添加物としてアクリル系バインダー（中央理化学工業製、リカボンドSA-200）及びステアリン酸エマルジョン（中京油脂製、セロゾール920）を原料粉末：アクリル系バインダー（固形分換算）：ステアリン酸エマルジョン（固形分換算）：水分＝100：40：2：382の重量比で混合してスラリー化した。このスラリーをスプレードライヤー（大川原化工機製、型式：LT-8）を用いて造粒粉末を調製し、デシケータ中で十分に水分を除去した。この乾燥造粒粉末に馬鈴薯でんぷん（キシダ化学製）を乾燥造粒粉末：馬鈴薯でんぷん＝2：1の体積比になるように混合して成形用原料粉末とした。この成形用原料粉末を油圧プレス機を用いてプレス成形（圧力：100kg/cm²）してセリア成形体を得た。これを焼成炉にて400℃で2時間保持して脱脂し、そのまま1200℃まで昇温して2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し表1に示した。

【0051】比較例1

実施例1で用いたセリア原料粉末に、添加物としてアクリル系バインダー（中央理化学工業製、リカボンドSA-200）及びステアリン酸エマルジョン（中京油脂製、セロゾール920）を原料粉末：アクリル系バインダー（固形分換算）：ステアリン酸エマルジョン（固形分換算）：水分＝100：40：2：520の重量比で混合してスラリー化した。このスラリーをスプレードライヤー（大川原化工機製、型式：LT-8）を用いて造粒粉末を調製し、油圧プレス機を用いてプレス成形（圧力：100kg/cm²）してセリア成形体を得、これを焼成炉（光洋リンドバーク社製、型式：51668）にて400℃で2時間保持して脱脂し、そのまま1500℃まで昇温して2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し表1に示した。

【0052】比較例2

スウェード系ポリッシングパッド（フジミインコーポレーテッド製、SURFIN 018-3）を高速レンズ研磨装置の回転定盤（直径360mm）に貼付し、定盤回転数100rpm、定盤への被研磨材料の押圧力150g/cm²の条件のもとで、被研磨材料として石英ガ

ラス基板を用い、又、研磨剤として実施例1記載のセリア微粉末をセリア（酸化セリウム）含有量20重量%となるように蒸留水を添加して調製した研磨液（液温：25℃）を用いて、1リットル/分の速度で滴下して研磨した。表1には得られた結果として、表面精度測定結果を示す。

【0053】実施例1及び2と比較例1の結果を比較すると、比較例1のような特性を有した研磨用成形体を用いて研磨を実施すると、研磨がうまくできないが分かった。

【0054】一方、実施例1及び2と比較例2の結果を比較すると、本発明の研磨用成形体を用いて研磨を実施することで、研磨加工に適用できる研磨用成形体を得られ、しかも従来の研磨方法により得られるものと同程度の被研磨材料の表面精度であることが分かった。

【0055】＜研磨廃液の評価＞

実施例3

実施例1で得られた研磨用成形体を用い、研磨試験に記載の方法により研磨を実施した。研磨廃液については、生じた廃液の濁度を分光光度計（日本分光製、型式：Ubest-55）を用い、精製水を基準として波長600nmにおける透過率により評価した。その結果を表2に示した。透過率が高い場合は研磨廃液中の遊離砥粒量が少ないことを示し、低い場合は逆に多いことを示す。

【0056】

【表2】

	実施例3	実施例4	比較例3
透過率(%)	78	88	1

【0057】実施例4

実施例2で得られた研磨用成形体を用いた以外は実施例3と同様に研磨廃液を評価し、表2に示した。

【0058】比較例3

比較例2で実施した研磨試験で得られた研磨廃液を実施例3と同様に評価し、表2に示した。

【0059】以上の実施例3及び4と、比較例3とを比較すると、本発明の研磨用定盤を用いて研磨を実施することで研磨廃液の透過率は従来の方法よりも高く、研磨廃液中の遊離砥粒量が極めて少ないことが分かる。

【0060】

【発明の効果】本発明によれば、研磨加工プロセス中に

遊離砥粒を大量に含有する研磨廃液をほとんど生じることがなく、従来法と同程度に良好にシリコンウエハー、酸化物基板等の基板材料等を研磨加工することができ、*

* また研磨処理における研磨用成形体の耐久性もあるため、研磨加工プロセスに有用である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

F I

B 2 4 D 3/32

B 2 4 D 3/32

H 0 1 L 21/304

6 2 2

H 0 1 L 21/304

6 2 2 B

6 2 2 F

12: Japanese Laid-open Patent Publication (A)

19: Japanese Patent Office

11: Japanese Laid-open Patent Publication No. 11-198045

43: Publication Date: July 27, 1999

54: Polishing form, disk table for the polishing form and method of polishing

71: Applicant: Toso Co. Ltd.

57: Summary

Subject: To provide a method of fabricating semiconductor base such as silicon wafers, optical materials and oxide substrates requiring precision fabrication for optical applications, with the use of a small amount of polishing liquid containing no free particles so as to solve the problem of waste water processing while retaining the quality achieved by the conventional methods; to provide a polishing form so as to permit efficient polishing operation, a disk table to be used with the method and a polishing method using the disk table.

Means for Solving the Problem: A polishing form is comprised primarily of cesium oxide, and its apparent density is not less than 0.7 g/cm^3 and not more than 5.0 g/cm^3 , the BET surface area is not less than $2 \text{ m}^2/\text{g}$ and not more than $200 \text{ m}^2/\text{g}$, and the average particle size is not less than $0.001 \mu\text{m}$ and not more than $0.5 \mu\text{m}$; a disk table for use with the polishing form; and a method to be used for the polishing form and the disk table.

[Claims]

1. A polishing form comprised primarily of cesium

oxide, and having an apparent density of not less than 0.7 g/cm^3 and not more than 5.0 g/cm^3 , a BET surface area is not less than $2 \text{ m}^2/\text{g}$ and not more than $200 \text{ m}^2/\text{g}$, and an average particle size is not less than $0.001 \mu\text{m}$ and not more than $0.5 \mu\text{m}$.

2. A disk table for polishing comprised by the polishing form according to claim 1, and associated accessory parts.

3. A method for polishing a polishing object by pressing the polishing object to the disk table for polishing according to claim 2.

4. A method according to claim 3, wherein polishing is performed without using free particles so that spent polishing liquid has a light transmissivity of not less than 10 % with respect to pure water at 600 nm.

[Detailed Explanation of the Invention]

[0001]

[Technological Field of the Invention] This invention relates to a method of fabricating semiconductor base such as silicon wafers, optical materials and oxide substrates requiring precision fabrication for optical applications. In more detail, this invention relates to a polishing form made by sintering cesium oxide powder, a disk table and a polishing method to be used with the form.

[0002]

[Conventional Technology] With the development of industrial technology in the fields of electronics and optics, severe demands are being place on fabrication of materials such as

magnetic discs, semiconductor substrates, single crystals. Especially, for finish fabrication of electronic parts, a polishing solution containing free particles for abrading the surface is used to continually flow over the object to be polished while polishing the surface with a polishing pad made of non-woven cloth or suede type fabrics. Free particles for use in such applications include alumina, silica, cesium oxide, zirconia and they are well known, but in particular cesium oxide is suitable for use in polishing optical glasses and is an outstanding material from the viewpoints of both economy and performance.

[0003] However, according to such a method, because of the use of a polishing solution containing free abrasive particles, a large volume of waste solution is generated, and from the standpoint of polishing efficiency, facility for treatment and environmental effects, the method required improvement. Regarding the polishing process itself, polishing cloth become clogged and degraded so that it is necessary to change the cloth frequently, causing a problem of inefficiency of the polishing process.

[0004] Further, the material polished by the conventional cloth-based polishing method (referred to as the polishing object hereinbelow), because of the softness of the cloth, the edge portion of the polishing object is polished excessively, and presented a problem that uniform polishing of the overall surface cannot be produced to result in an inefficient polishing process.

[0005]

[The Problem to be Solved] As described above, the conventional polishing methods presented many problems including: waste solution treatment; ineffective use of the polishing object; inefficiencies in polishing process. This invention is provided to solve such problems in the current polishing technologies, and an object is to provide a method of fabricating semiconductor base such as silicon wafers, optical materials and oxide substrates requiring precision fabrication for optical applications, with the use of a small amount of polishing liquid containing no free particles so as to solve the problem of waste water processing while retaining the quality achieved by the conventional methods; to provide a polishing form so as to permit efficient polishing operation, a disk table to be used with the method and a polishing method using the disk table.

[0006]

[Means for Solving the Problem] As a result of intensive examination of the problems cited above, the inventors of this invention discovered the following knowledge bases on the use of a cesium oxide fine powder to form a ceria-based polishing forms.

[0007] 1) When performing a polishing process, because the abrading surface of the polishing form is made of the cesium oxide feed powder and the abrading surface can contact the polishing object directly, the polishing form can be used to polish substrate bases using a polishing liquid that does not

contain free abrading particles such as colloidal silica or cesium oxide powder, and furthermore, because the abrading particles are not easily detached from the polishing form, and therefore the problem of handling the spent liquid is also reduced.

[0008] 2) Because the strength of the polishing form is high, it can provide a long service life in polish fabrication processes, and therefore, polishing tools can be used for a long time without having to exchange the polishing forms.

[0009] 3) The quality of surface finish obtained by the polishing form is comparable to that obtained by the conventional methods, and because the polishing speed is also comparable, there is lesser degradation in the polishing properties of the form.

[0010] 4) Even if a polishing liquid containing free particles is used, faster polishing speed is obtained by using a polishing liquid containing lesser number of particles than the conventional polishing liquids.

[0011] Accordingly, this invention has reached its completion by discovering the advantages generated by the present polishing form and a method of polishing based on the polishing form of this invention.

[0012] This invention will be explained in detail in the following.

[0013] <Properties of the polishing form> The polishing form provided in this invention is comprised primarily of cesium oxide (CeO_2) and its apparent density not less than 0.7 g/cm^3

and not more than 5.0 g/cm^3 , the BET surface area is not less than $2 \text{ m}^2/\text{g}$ and not more than $200 \text{ m}^2/\text{g}$, and the average particle size is not less than $0.001 \mu\text{m}$ and not more than $0.5 \mu\text{m}$.

[0014] Primarily cesium oxide means that cesium oxide constitutes more than 90 % by weight of the polishing form, and preferably more than 97 % by weight (w/o).

[0015] Here, the range of apparent density of the polishing form is such that the form retains its shape during the polishing process to produce a flat surface efficiently so that it is preferable that the apparent density be not less than 0.7 g/cm^3 and not more than 5.0 g/cm^3 and a range of not less than 1.3 g/cm^3 and not more than 3.0 g/cm^3 is more preferable. When the apparent density becomes less than 0.7 g/cm^3 , the shape retention factor degrades so much that the shape cannot be retained during polishing, and the form wears down too quickly, which is not desirable. But when it is higher than 5.0 g/cm^3 , the strength of the form itself becomes too high, and the polishing object may be damaged or the surface of the polishing form becomes too smooth during polishing and the polishing speed is lowered, which is not desirable.

[0016] The specific BET surface area of the polishing form should be in a range such that the shape of the form can be maintained during polishing and produce a flat surface on the object. It is preferable that the surface area be not less than $2 \text{ m}^2/\text{g}$ and not more than $200 \text{ m}^2/\text{g}$, and further, not less than $2 \text{ m}^2/\text{g}$ and not more than $100 \text{ m}^2/\text{g}$, and especially, not less than $2 \text{ m}^2/\text{g}$ and not more than $55 \text{ m}^2/\text{g}$. When the BET specific surface

area exceeds $200 \text{ m}^2/\text{g}$, shape retention degrades to the extent that the form shape cannot be maintained during polishing so that the form itself becomes susceptible to wear during polishing, which is not desirable. But, when the BET specific surface area is less than $2 \text{ m}^2/\text{g}$, the strength of the form itself becomes too high, and the polishing object may be damaged or the surface of the polishing form becomes too smooth during polishing and the polishing speed is lowered, which is not desirable.

[0017] The range of the average particle size in the polishing form should be such as to facilitate forming of a porous form and production of smooth surface on the polishing object so that the values should be in a range of not less than $0.001 \mu\text{m}$ and not more than $0.5 \mu\text{m}$, further, not less than $0.01 \mu\text{m}$ and not more than $0.3 \mu\text{m}$, and furthermore, not less than $0.03 \mu\text{m}$ and not more than $0.2 \mu\text{m}$. When the average particle diameter is less than $0.001 \mu\text{m}$, the primary particle size in the feed powder becomes less than $0.001 \mu\text{m}$ so that it becomes very difficult to produce porous forms in practice. It is not preferable to exceed $0.5 \mu\text{m}$, because problems such as defects are introduced in the polishing object. The average particle diameter refers to the diameter of cesium oxide particles, and for example, as described in examples, it can be determined by a scanning electron microscope (SEM).

[0018] <Method for making polishing form> The polishing form of this invention is made by sintering the pressed compacts of cesium oxide particles, and there is no particular limitation

so long as the properties recited above are realized.

[0019] Cesium oxide forms are produced by applying a pressure to the feed powder. When press forming is used, pressing pressure should normally be higher than 5 kg/cm², preferably higher than 10 kg/cm².

[0020] Further, the feed powder may be process to obtain improved formability of the powder. An example of such processing is to provide a preliminary press forming of the powder and classify the products by screening. The pressure for pre-pressing depends on the nature of the powder, but normally, it should be not less than 5 kg/cm² and not more than 1000 kg/cm². Similarly, to improve formability of the powder feed, spray drying and milling may be used to pelletize the powder, and additives such as binder and wax may be added to the feed powder.

[0021] Similarly, to improve formability of the feed powder, spray drying and milling may be used to pelletize the powder, and additives such as binder and wax may be added to the feed powder, after which, the pelletized particles may be mixed with additives to facilitate porosity formation. Such additives improve formability of the powder feed, and by using a porosity promoting agent, the cesium oxide polishing form that reflects the particle size of the porosity promoting agent can be produced, and control of the porosity structure of the polishing form is facilitated so that forms can be produced so as to lead to improved polishing speed during fabrication operations. The pelletized feed may be stored separately before mixing with

a porosity promoting agent.

[0022] There is no particular limitation to the type of binder that can be used so long as pelletizing operation is not hampered, but normally, binding, plasticizing and lubricating agents are used. For example, acrylic or polyolefin resins and waxes, low fatty acid such as stearic acid, and higher alcohols such as stearyl alcohol may be cited. These may be used singly or in combination of more than two kinds.

[0023] There is no particular limitation to the type of porosity promoting agent that can be used, and it may include various waxes such as parafin wax and microcrystalline wax, resin powder of polymethacrylate and polybutylmethacrylate, olefin type resin powder of polyethylene, polypropylene, ethylene-acetic acid copolymer and others, polystyrene powder, corn starch, ethylcellulose, carbon powder. They may be used singly or in combination of more than two types.

[0024] When adding organic substances such as binder and porosity promoter to the feed powder for improving the formability of cesium oxide forms, it is preferable that the feed powder be degreased first. There is no particular restriction to the method of degreasing, but degreasing by heating in air, or heating in an inert atmosphere such as nitrogen, argon, helium. The pressure during such degreasing operation may be carried out in a pressurized, normal or reduced pressure atmosphere, if needed. Similarly, to improve the formability, water may be added and removed by drying before the sintering operation.

[0025] Next, because the compacted forms after the binder has been removed are not as strong as before, to improve the strength and durability as a disk table for polishing, it is preferable to perform sintering at high temperatures. However, for improving durability, the method is not limited to sintering.

[0026] As described above, the method of making polishing forms from cesium oxide powder included the processes of degreasing by heat, sintering compacts and machining, but the method of making the polishing form is not limited to such methods so long as sufficient strength can be imparted to the compacts to serve as a polishing form.

[0027] < Disk table construction for polishing> The polishing form may be produced to serve as a disk table for polishing, and a method of incorporating such a disk table in a polishing system, and a method of operating such a polishing system will be explained.

[0028] First, disk table for polishing is produced using a polishing form and polishing accessory parts.

[0029] Here, polishing accessory parts refer to structural members of various materials and shapes that constitute the disk table for polishing, and a disk table for polishing is produced by distributing and attaching the polishing form to the accessory parts in the following manner. The method of attachment is not particularly limited, and include a method based on bonding the parts with an elastic adhesive, or forming conjugate protrusions and depressions in various components and coupling the respective depressions and protrusions, so

long as the method allows the object of this invention to be achieved.

[0030] The number of polishing forms to be attached to the polishing accessory parts may be one or more polishing liquid used, the reason is that, 1) polishing process should be discharged appropriately to increase than two, and it is preferable to use more than two pieces to increase the polishing speed. For this reason, when two polishing forms are used to make a disk table for polishing, the space between the two disk tables can be used as discharge path to discharge the polishing liquid. Also, when only one polishing form is used, it is preferable to provide a discharge path on the polishing surface side of the disk table. Another reason is that, 2) when more than two polishing forms are used to make a disk table, the contact of the disk table on the polishing object is improved so that overall polishing of the object can be performed without experiencing the problem of uneven polishing speed.

[0031] The shape of the polishing form to be used is not particularly limited so that any appropriate shape may be used so long as the polishing forms can be attached to the accessory parts. For example, cylindrical pellet shapes, square pellet shapes, and triangular pellet shapes may be utilized, and such angular shapes may be combined with linear shapes to produce any shapes. The size is not particularly limited so long as the size is within the normally useable range, and determined by the size of the accessory parts that are to be combined with the disk tables.

[0032] The manner of arranging the polishing forms of this invention for making the disk tables is not particularly limited so long as the polishing forms used in the combination have the properties specified above. For example, small pieces of the polishing forms may be assembled to produce a unit product, or such pieces may be imbedded in a large circular disk.

[0033] It is preferable that when more than two polishing forms are arranged on a disk table, the polishing surfaces of the polishing forms be fabricated to match the shape of the polishing object. In this case, the accessory parts may be selected to have the desired shape. For example, when the surface of the object is flat, it is preferable that the contact surface of the polishing forms be planarized, and when it is curved, it is preferable that the contact surface of the polishing forms be curved to match the curvatures. The reason is that when polishing is carried out using the fabricated surface of the disk table, the forms are designed to allow direct contact between the object and the disk table, to generate a maximum area of contact. In particular, when planarization fabrication is desired, it is preferable to arrange the polishing forms so that the vertical distance from the disk table is uniform for all the forms.

[0034] For attaching the polishing form to a metallic disk table, adhesives may be used, or coupling depressions and protrusion matching the size of the polishing form may be provided on the surface of the metallic disk table to fixate the polishing form. Adhesives used for bonding is not particularly limited so long

as the bonding allows the objectives of this invention to be achieved. Especially, it is preferable to use adhesive agents such as elastic bonding agents that do not generate cracks when bonding the polishing form to the disk table.

[0035] <Polishing method using disk table for polishing>
Polishing forms are incorporated into the disk table as described above, however, in the method of polishing using the polishing forms that are provided in this invention, detailed condition of use such as the shape, polishing conditions and polishing liquid are not particularly limited so long as the disk table is used for polish fabrication. For example, when using a polishing liquid, conventional polishing liquid may be used, for example, water is acceptable.

[0036] Here, a disk table for polishing refers to the use of the forms incorporated into the disk table to perform polishing by directly contacting the polishing object, so that they have sufficient strength for polishing operations and have properties to enable to polish the object. Therefore, the shape of the forms should match the shape of the object, they may have non-planar shapes, as required. For example, a flat disk, circular disk, ring disk and cylindrical disk may be considered.

[0037] Also, because a polishing cloth is not being used in this invention, this invention has an advantage that there is no need for exchanging the degraded polishing cloth, which was required in the conventional methods, because of the durability of the polishing forms of this invention. Further, regarding

the treatment of spent polishing liquid that contained free particles, which were generated in the conventional methods, the present polishing form enables to eliminate the use of free particles or enables to perform with only a small amount of such liquid. Therefore, the free particles in the polishing liquid and the volume of particles produced by polishing process is reduced, so that the problem of handling the polishing liquid is reduced. For example, by observing that the degree of light transmission through the waste liquid is higher than that obtained in the waste liquid produced in the conventional polishing methods, it is able to confirm that the amount of waste particles released into the waste liquid has been reduced. Considering such waste liquid handling problems, it is preferable to operate the polishing system so that the light transmission through the waste liquid at 600 nm wavelength is not less than 10 % of water, or preferably not less than 40 %, and it is desirable to operate the system so that the waste liquid falls within such a range of light transmission.

[0038] The disk table of this invention for polishing purposes is useful for polishing semiconductor substrates such as silicon wafers, gallium phosphide, gallium arsenide, substrate materials such as glass substrates, quartz glasses, metallic materials and stone components used in architectural applications. Of these, the method is particularly applicable to substrate bases because the surface edges are not rounded as they are in the conventional methods so that the materials can be more effectively used for the application. The method

is used frequently for semiconductor, oxides and glass substrate bases.

[0039]

[Examples] This invention will be demonstrated in more detail in the following. This invention is not limited by these examples. Evaluations were performed using the methods shown below.

[0040] The volume of cesium oxide contained was measured by the ICP fluorescence method.

[0041] The apparent density was measured by producing samples of 100×100×15 mm and determining the apparent density using the weight and the sample size according to a microcaliper.

[0042] The average particle diameter was determined by planarizing a portion of the surface of the polishing form, and observing the surface by SEM (ISIDS-130, Akashi Mfg.) and determining the size only in the cesium oxide section according to the intercept method.

[0043] The BET surface area of the feed powder was determined on the powder itself while that in the polishing form was determined after pulverizing the forms. After drying the samples for 15 minutes at 200 C, and MONOSORB (Quantachrome Co. Ltd., made in US) was used according to the BET single point method.

[0044] The average size of the powder particles was determined on samples of cesium oxide powder, and using a Coulter counter LS130 (made by Coulterelectronics Co. Ltd.) and a liquid module. Measured values are based on the volume.

[0045] Polishing tests were conducted on disc samples measuring 25 mm diameter and 5 mm thickness. 96 samples of polishing forms were mounted on a turntable (360 mm diameter) of a highspeed lens polishing apparatus to produce planar surfaces on the polishing forms. The polishing object was a 3-inch quartz glass base, and six such samples were mounted on the turntable which was rotated at 100 r.p.m. and at a pressure of 150 g/cm² applied on the turntable. Polishing liquid was distilled water (at 25 °C) which was dripped at a rate of 1 L/min. Polished surfaces of the quartz glass samples were observed with a microscope (Olympus, model BH-2). Evaluation was based on visual examination, and good surface, flat and no scratches, was designated as O and those that are not flat and difficult to fabricate was designated as X.

[0046] Durability of Formed Compacts

Polishing was continued without stopping, and the surface condition of the sample forms was observed visually every one hour to note the presence of hair line cracks, cracks and chipped sections. Evaluation was based on the time required to produce some damage on the sample forms.

[0047] <Manufacturing and evaluation of polishing forms>

Example 1

Cesium oxide powder feed was formulated as follows. A milky suspension liquid was obtained by grinding a hydride powder of cesium carbonate (Alrich, 99.9 %) in a planetary mill and dispersing in distilled water. Hydrogen peroxide (about 35 %) was dripped while stirring the suspension, which was continued

for one hour after the dripping step was finished. It was heated to 90 °C in a water bath and stirring was continued for another one hour, after which it was cooled to room temperature, and solid was separated by a centrifuge, and the solid component was dried at 120 °C for 24 hours. The solid thus obtained was sintered at 600 °C for one hour to produce a white powdery material. It was confirmed by X-ray diffraction equipment (Macscience, model MXP-3) that the white powder was single-phase cesium oxide. The BET specific surface area was 49 m²/g, and the average particle diameter was 0.3 μm.

[0048] To the cesium oxide feed powder were added: an acrylic binder (Chuo Chemicals, ricabond SA-200) and stearic acid emulsion (Chukyo Resin, celozol-920). A slurry was prepared by mixing feed powder:acrylic binder (solid equivalent):stearic acid emulsion (solid equivalent):water in a ratio of 100:40:2:520 by weight. The slurry was made into pellets by using spray dryer (Okawara Chemical Machineries, model LT-8), and the pellets are pressed into green compacts at a pressure of 100 kg/cm². The green compacts were degreased in a sintering furnace (KoyoLindberg, model-51668) by heating at 400 °C for 2 hours. After which, the degreased compacts were heated at 1000 °C for 2 hours to obtain polishing form samples. The samples were evaluated using the methods outlined above. Table 1 shows the results of evaluation of the polishing form samples for apparent density, BET specific surface area, average particle size and polishing tests.

[0049]

Table 1

	Example 1	Example 2	Comparison 1	Comparison 2
App. density (g/cm ³)	1.46	3.83	6.84	-
BET (m ² /g)	32	8	0.3	-
Av. Size(μ m)	0.026	0.104	3.05	-
Polish test	0	0	×	0
Durability (time)	>90	>90	>90	-

[0050] Example 2

Cesium oxide feed powder (Mitsuwa Chemicals, 99.9 %, BET specific surface area, 3.6 m²/g, average particle diameter 2 μ m) was mixed with an acrylic binder (Chuo Chemicals, ricabond SA-200) and stearic acid emulsion (Chukyo Resin, celozol-920). A slurry was prepared by mixing feed powder:acrylic binder (solid equivalent):stearic acid emulsion (solid equivalent):water in a ratio of 100:40:2:382 by weight. The slurry was made into pellets by using spray dryer (Okawara Chemical Machineries, model LT-8). The sprayed powder was dried thoroughly in a desiccator and potato starch was added to the powder at a ratio of 2:1 to make a feed powder. The powder was pressed into green compacts at a pressure of 100 kg/cm². The green compacts were degreased in a sintering furnace (KoyoLindberg, model-51668) by heating at 400 °C for 2 hours. After which, the degreased compacts were heated at 1200 °C for 2 hours to obtain polishing form samples. The samples were evaluated using the same methods as in Example 1. Table 1 shows

the results of evaluation of the polishing form samples.

[0051] Comparison 1

Cesium oxide feed powder used in Example 1 was mixed with an acrylic binder (Chuo Chemicals, ricabond SA-200) and stearic acid emulsion (Chukyo Resin, celozol-920). A slurry was prepared by mixing feed powder:acrylic binder (solid equivalent):stearic acid emulsion (solid equivalent):water in a ratio of 100:40:2:520 by weight. The slurry was made into pellets by using spray dryer (Okawara Chemical Machineries, model LT-8). The sprayed powder was pressed into green compacts at a pressure of 100 kg/cm². The green compacts were degreased in a sintering furnace (KoyoLindberg, model-51668) by heating at 400 °C for 2 hours. After which, the degreased compacts were heated at 1500 °C for 2 hours to obtain polishing form samples. The samples were evaluated using the same methods as in Example 1. Table 1 shows the results of evaluation of the polishing form samples.

[0052] Comparison 2

Suede type polishing pads (Fujimi Inc., Surfin 018-3) were mounted on a turntable (360 mm diameter) of the highspeed lens polisher and rotated at 100 r.p.m. and pressed at 150 g/cm² pressure on the turntable. Polishing object was a quartz glass substrate samples, and the polishing particles were cesium oxide powder used in Example 1, and mixing it with distilled water to obtain a composition of 20 w/o. This polishing liquid was dripped at a rate of 1L/min for polishing operation. The results of surface precision measurements are reported in Table

1.

[0053] Comparing examples 1 and 2, it can be seen that polishing with polishing forms made by the method of Example 1 are not successful in producing good results.

[0054] Comparing Examples 1 and 2 and the results of Comparison 2, it can be seen that the present polishing forms are applicable to polish fabrication, and compared with the results obtained in Comparison 2, the quality of polish is the same as that obtained by the conventional method.

[0055]<Evaluation of spent polishing liquid>

Example 3

Using the polishing form obtained in Example 1, polishing tests were performed according to the method described. Spent liquid was evaluated by means of Spectrum Analyzer (Nippon Spectra, model Ubest-55), with pure water as reference substance, and evaluated by transmitting light at wavelength of 600 nm. When the transmissivity is high, it indicates low concentration of free particles, and low transmission indicated high concentration of free particles.

[0056]

Table 2

	Example 3	Example 4	Comparison 3
Transmission (%)	78	88	1

[0057]

Example 4

Polishing forms produced in Example 2 were used, and evaluation was carried as outlined above. The results are shown in Table

2.

[0058] Comparison 3

Spent polish liquid produced in Comparison 2 was evaluated in the same manner as Example 3. Results are shown in Table 2.

[0059] Comparing Examples 3 and 4 with Comparison 3, it can be seen that the use of the present polishing form results in production of spent solution having higher transmissivity than that produced by the conventional method, indicating that the concentration of free particles is low.

[0060]

[Effects of the Invention] According to this invention, the method of this invention produces almost no spent polishing liquid containing a large amount of free particles, and the method is able to produce the polished substrate base such as silicon wafers and oxide bases of a quality that can be obtained by the conventional polishing methods, and because the polishing forms are durable, they are useful for polish fabrication of such materials.